

自動結晶方位解析装置

キーワード：結晶方位、集合組織、EBSD

自動結晶方位解析装置

金属材料やセラミックス材料の力学特性や機能特性は、材料を構成する元素、あるいは結晶構造に由来した組織（相）等の影響を受けることが古くから知られています。さらに、これらの材料は、大部分が多結晶材料であるため、結晶方位（結晶粒内の原子の配列方向）やその分布状態（集合組織）にも強く依存することがあります。したがって、多結晶材料内の個々の結晶粒の結晶方位やその分布を定量的に把握することは、材料を扱う上で大変重要です。

近年、コンピュータ制御による測定および解析の自動化技術が進歩し、走査電子顕微鏡（Scanning Electron Microscope; SEM）内で発生するEBSD(Electron Backscatter Diffraction Pattern: 電子後方散乱回折像)の自動解析システムに基づき、結晶方位データをきわめて短時間かつ簡便に得られるようになりました。当所でも自動結晶方位解析装置(TSL-OIM4.6)を導入しましたので、その測定原理・方法と解析例を紹介します。

原理と測定・解析方法

本装置の概念図を図1に示します。SEMの鏡筒内に、60～70°に傾斜した試料をセットし、試料に電子線を照射します。材料に電子線を当てると、反射電子が特定の結晶格子面に対して一対の回折を起こします。この回折線を蛍光スクリーンに投影すると、図2のようにバンド状の一本の線が現れます。回折現象は様々な結晶格子面で生じるため、実際には図3に示すような複数のバンドが現れます。これをEBSDパターンと呼びます。

本装置は、投影されたEBSDパターンを高感度カメラで撮影し、コンピュータに画像として取り込みます。バンド同士が交差する角度

やそれらが現れる位置は、材料と結晶の向きによって一義的に決まっています。したがって、コンピュータで画像解析を行い、既知の結晶系を用いたシミュレーションによるパターンとの比較により結晶方位を解析できます。

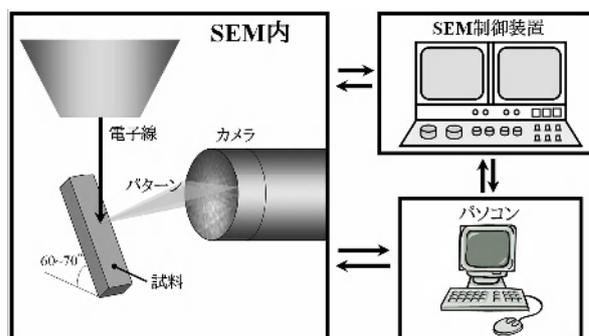


図1 自動解析システムの概念図

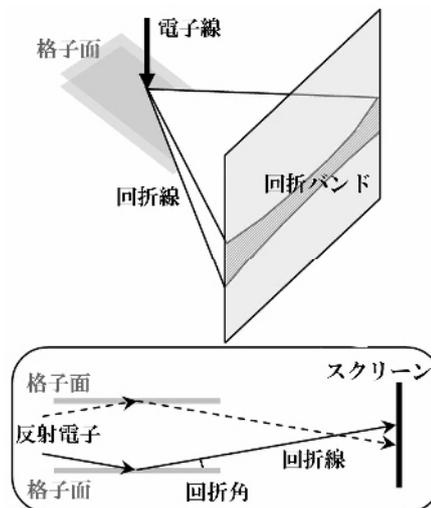


図2 EBSD原理模式図

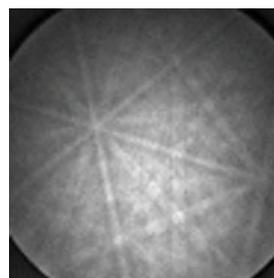


図3 鉄鋼から生じるEBSDパターン例

解析された方位は、図4のように座標(x, y)などとともに記録されるので、電子線を連続的に走査させ、これらのデータを取得することにより、結晶方位マッピングや粒界表示など多種多様な解析ができます。さらに、測定・解析の全自動化により、数百・数千個レベルの結晶粒の方位解析データをきわめて短時間で得ることができます。

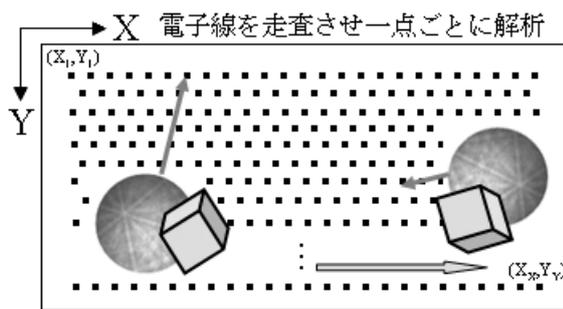


図4 SEM画像上でのデータ取得法

測定例

本装置は、結晶方位およびその分布はもちろんのこと、結晶粒径や第二相分率、あるいは粒界傾角など結晶方位以外のデータも同時に得られます。ここでは鋼の解析例を取り上げ、その中の一部を紹介します。

軟鋼板の結晶方位解析結果を図5に示します。図5(a)はImage Quality(IQ)マップ、図5(b)は結晶方位マップ、図5(c)は結晶粒界イメージ(結晶回転角 2~15° : 細線、15°以上 : 太線)です。IQ マップにおいては、パタ

ーンの鮮明度が高い箇所は、基本的に明るくなります。ゆえに、ひずみ残存部や結晶粒界では、原子の配列が乱れているためパターンの鮮明度が低下し、暗く表示されます。一方、図5(b)は、各測定点における結晶方位を色分けした図です。図に表された一つひとつのピクセル(測定点)は、結晶方位に関するデータを有しており、これらの色は、ステレオ三角形で色分けされた各方位に対応しています。隣り合った点が近い色合いで示された領域は、同じ結晶粒と判断することができます。さらに、隣り合った測定点との方位関係により、隣り合った結晶粒同士の方角関係も定量的に解析することが可能で、図5(c)のように各粒界を角度に応じて表示することができます。

以上のように、通常の金属顕微鏡では、定性的にしか理解できなかった結晶粒組織を、容易かつ短時間で、定量的に解析することが可能となります。

おわりに

自動結晶方位解析システムを装備した本装置は、目的に応じて短時間で広範囲に解析することが可能であり、新材料の開発、新機能の創製などに大いに役立つと考えられます。ここで紹介した解析例は本装置を活用した解析技術のごく一部であり、この他にも多種多様な解析ができます。皆様のご利用をお待ちしております。

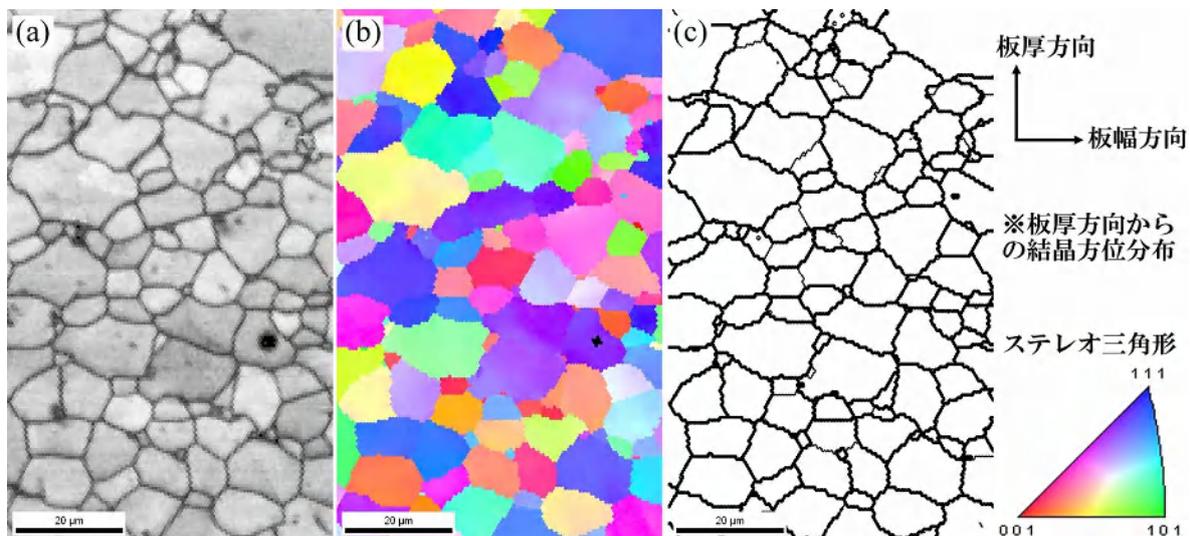


図5 軟鋼板断面の結晶方位解析例